

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **09-288374**
(43)Date of publication of application : **04.11.1997**

(51)Int.Cl. **G03G 9/083**
G03G 9/08
G03G 9/10

(21)Application number : **08-101286** (71)Applicant : **MINOLTA CO LTD**
(22)Date of filing : **23.04.1996** (72)Inventor : **NISHIHARA YOSHIKAZU**
IZUMI ICHIRO
MIKURIYA YOSHIHIRO
NAKAZAWA FUMIKO
FUKAO HIROSHI

(54) TONER FOR TWO-COMPONENT DEVELOPER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent filming and the deterioration of the flowability and electrostatic chargeability of a toner as well as to prevent smearing and offsetting at the time of copying by incorporating a specified total amt. of PE and PP in a specified weight ratio and a specified amt. of specified magnetic powder.

SOLUTION: This toner for a two-component developer consisting of at least a magnetic carrier and a toner contains at least a bonding resin, a colorant, PE, PP and magnetic powder. The total amt. of the PE and PP is 2-10 pts.wt. per 100 pts.wt. of the bonding resin and the weight ratio between the PP and PE is 10:1 to 1:10. The magnetic powder has 2-15m²/g BET specific surface area and the amt. of the powder is 1-150 pts.wt. per 100 pts.wt. of the bonding resin.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] **06.09.2000**
[Date of sending the examiner's decision of rejection] **13.08.2002**
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
[Date of final disposal for application]

Searching PAJ

[Patent number]	3764520
[Date of registration]	27.01.2006
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	2002-17663
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	12.09.2002
[Date of extinction of right]	

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-288374

(43) 公開日 平成9年(1997)11月4日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G	9/083		G 0 3 G	9/08
	9/08			3 0 1
	9/10			3 6 5
			9/10	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平8-101286	(71) 出願人	000006079 ミノルタ株式会社 大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号 大阪国際ビル
(22) 出願日	平成8年(1996)4月23日	(72) 発明者	西原 良和 大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号 大阪国際ビル ミノルタ株式会社内
		(72) 発明者	出水 一郎 大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号 大阪国際ビル ミノルタ株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 青山 葆 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二成分現像剤用トナー

(57) 【要約】

【課題】 複写時のスミアやオフセットが防止できると共に、フィルミングの発生、トナーの流動性や帯電性の低下などを発生しないトナーを提供すること。

【解決手段】 トナー用のワックスとしてポリエチレンとポリプロピレンを用い、かつ特定のB E T比表面積を有する磁性粉を配合する。

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも磁性キャリアとトナーからなる二成分現像剤用トナーにおいて、このトナーが少なくとも結着樹脂、着色剤、ポリエチレンおよびポリプロピレンを含有してなり、ポリエチレンおよびポリプロピレンの合計添加量が結着樹脂100重量部に対して2～10重量部、ポリプロピレンとポリエチレンの含有比が重量比で10：1～1：10であり、かつBET比表面積が2～15m²/gの磁性粉を結着樹脂100重量部に対して1～150重量部含有することを特徴とする二成分現像剤用トナー。

【請求項2】 飽和磁化が0.05～30emu/gである請求項1記載の二成分現像剤用トナー。

【請求項3】 ポリプロピレンの軟化点が140～160℃、ポリエチレンの軟化点が100～150℃であり、ポリプロピレンの軟化点がポリエチレンの軟化点より高い請求項1記載の二成分現像剤用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は二成分現像剤用トナーに関する。

【0002】

【従来技術】電子写真装置等の画像形成装置の定着方式としては、圧力定着方式、フラッシュ定着やオープン定着等の非接触加熱定着方式、熱ロール定着等の接触加熱定着方式等が採用されており、特に接触加熱定着方式は圧力定着方式に比べ高速化が可能であり、また非接触加熱定着方式に比べ熱効率が高く、比較的低温の熱源を用いることができ装置の小型化やエネルギーの節約を図ることができるため、最も普及している定着方式である。

【0003】近年、このような接触加熱定着方式の電子写真装置に対して、さらなる高速化や省エネルギー化が要求されており、このためトナーに対して低温定着特性が要求されている。低温定着が実現すれば電子写真装置の省エネルギー化を図れるばかりでなく、ウォームアップ時間も短縮することができ、より快適な操作性を得ることができる。

【0004】ところで上述した接触加熱定着方式においては、オフセット現象の発生という問題がある。例えば、熱ロール定着方式では、定着時に像を構成するトナーの一部が熱ロールの表面に転移し、これが次に送られてくる転写紙に再転移して画像を汚染するという現象である。

【0005】従来より、熱ロール定着用トナーのオフセット現象を防止する技術として、ポリプロピレンワックスをオフセット防止剤(離型剤)としてトナー中に添加する技術が知られている(例えば特開昭49-65231号公報)。

【0006】近年、電子写真による複写速度の高速化や多機能化に伴い、自動原稿送り装置や両面複写装置を搭

2

載した複写機が標準になっている。これらの装置による原稿送り時に、または裏面複写や多色複写時の2回目の複写工程において紙送りにローラーで複写画像表面がこすられて画像ににじみや汚れなどの現象を生じる。複数の複写画像を重ねて複写機内に一時保管したものを2回目の複写のために紙送りローラーで1枚ずつ取り出す際にも同様な現象がみられ、画質の低下が引き起こされる。このような問題を有するトナーはスミア性が悪いと言われている。

【0007】スミア性を改良する方法としては、ポリエチレンワックスをトナー中に添加することが有効であるが、上述したオフセット防止剤であるポリプロピレンワックスとポリエチレンワックスを併用するとフィルミングの発生、トナーの流動性や帯電性の低下が発生する傾向にある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は複写時のスミアやオフセット、フィルミングの発生、およびトナーの帯電性などの改良されたトナーを提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は少なくとも磁性キャリアとトナーからなる二成分現像剤用トナーにおいて、このトナーが少なくとも結着樹脂、着色剤、ポリエチレンおよびポリプロピレンを含有してなり、ポリエチレンおよびポリプロピレンの合計添加量が結着樹脂100重量部に対して2～10重量部、ポリプロピレンとポリエチレンの含有比が重量比で10：1～1：10であり、かつBET比表面積が2～15m²/gの磁性粉を結着樹脂100重量部に対して1～150重量部含有することを特徴とする二成分現像剤用トナーに関する。

【0010】本発明に使用するワックス類はポリエチレンとポリプロピレンを主成分とするが、トナーに一般的に使用される他のワックス類、例えばカルナバワックス、サゾールワックス、ライスワックスなどを、本発明の目的を害しない範囲で使用してもよい。

【0011】本発明に使用するポリエチレンは軟化点が100～150℃、好ましくは130～145℃の範囲にあり、併用するポリプロピレンの軟化点より低い軟化点を有する。好ましくは3～30℃低いものが適している。ポリエチレンの軟化点が100℃より低いと耐熱性が悪く、フィルミングを発生し易くなり、逆に150℃以上ではスミア性が低下する。

【0012】ポリエチレンは高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレンいずれでもよいが、スミア性向上の観点から高密度ポリエチレンが特に好ましい。

【0013】本発明に使用するポリプロピレンは軟化点が140～160℃、より好ましくは145～155℃が適当である。軟化点が140℃より低いと耐熱性が低下するのみならず、フィルミングを発生し易くなる。一

3

方、160℃より高いとオフセット性が低下する。

【0014】本発明においてポリエチレンとポリプロピレンは合計量で結着樹脂100重量部当たり2～10重量部、好ましくは3～7重量部使用する。両者の合計量が2重量部より少ないとオフセット性、スミア性いずれも低下する。また10重量部を越えるとフィルミングが発生し易く、かぶりおよびトナーの流動性が低下する。

【0015】また、ポリプロピレンとポリエチレンの含有量の重量比は10:1～1:10、好ましくは10:1～1:2、より好ましくは10:1～1.5:1であり、これよりポリプロピレンの量が多くなるとスミア性向上の効果が低下し、ポリエチレンの量が多くなるとオフセット性向上の効果が低下する。

【0016】本発明はさらに磁性粉を配合する。磁性粉を含有させることによって感光体への研磨効果によるフィルミングの防止、磁力によるトナーの飛散、コボレなどが防止できる。またスミア性およびオフセット性も改良される。

【0017】本発明に使用する磁力粉はBET比表面積が2～15m²/g、好ましくは5～12m²/gである。2～15m²/gより多くても少なくともトナー中での分散性不良による帯電性の低下が生じる。

【0018】トナーの飽和磁化は0.05emu/g～30emu/gが好ましい。飽和磁化が0.05emu/gより小さい場合、感光体表面のクリーニング効果が不十分となりフィルミングが発生し易くなる。またトナーの飛散およびこぼれが発生し易い。30emu/gより大きいと現像性が低下して画像濃度がうすくなる。

【0019】磁性粉の含有量は結着樹脂100重量部当たり好ましくは1～150重量部、より好ましくは2～100重量部である。

【0020】1重量部より少ないと本発明の効果を得ることができず150重量部より多いと現像性の低下により画像濃度が低下する。磁性粉としてはフェライト、マグネタイト、鉄等を単独あるいは混合して使用することができる。

【0021】本発明に使用し得る結着樹脂は従来トナー用結着樹脂として使用されてきたスチレン系共重合体樹脂、ポリエステル系樹脂、エポキシ系樹脂などを任意に使用できるが、本発明の目的をより効果的に達成するための結着樹脂としてはスチレン系共重合樹脂が特に好ましい。

【0022】本発明によるスチレン系共重合体樹脂を構成するスチレン系単量体の例としては、スチレン、 α -メチルスチレン、p-メチルスチレン、p-tert-ブチルスチレン、p-クロルスチレン等のスチレン系単量体およびその誘導体を用いることができる。

【0023】また、スチレン系単量体に共重合させる単量体としては、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸イソプロピル、メタクリル酸n

(3)

4

ーブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸t-ブチル、メタクリル酸n-ペンチル、メタクリル酸イソペンチル、メタクリル酸ネオペンチル、メタクリル酸3-(メチル)ブチル、メタクリル酸ヘキシル、メタクリル酸オクチル、メタクリル酸ノニル、メタクリル酸デシル、メタクリル酸ウンデシルおよびメタクリル酸ドデシル等のメタクリル酸アルキルエステル；アクリル酸メチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸t-ブチル、アクリル酸n-ペンチル、アクリル酸イソペンチル、アクリル酸ネオペンチル、アクリル酸3-(メチル)ブチル、アクリル酸ヘキシル、アクリル酸オクチル、アクリル酸ノニル、アクリル酸デシル、アクリル酸ウンデシルおよびアクリル酸ドデシル等のアクリル酸アルキルエステル；アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸等の不飽和カルボン酸；アクリロニトリル、マレイン酸エステル、イタコン酸エステル、塩化ビニル、酢酸ビニル、安息香酸ビニル、ビニルメチルエチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテルおよびビニルイソブチルエーテル等のビニル系単量体を用いることができる。好ましくはメタクリル酸アルキルエステル（アルキル基の炭素数1～17）、アクリル酸アルキルエステル（アルキル基の炭素数1～17）を用いるようにする。

【0024】着色剤等の分散性を向上させるためにバインダー樹脂に酸価を付与してもよい。バインダー樹脂としてのスチレン系共重合体樹脂の酸価は、(メタ)アクリル酸等の不飽和カルボン酸の量を調節してスチレン系共重合体に含有させることにより制御し、10.0KOHmg/g以下、好ましくは3～10KOHmg/gとする。

【0025】バインダー樹脂の分子量は数平均分子量が2000～10000、より好ましくは2500～7000、重量平均分子量/数平均分子量が20～90、より好ましくは25～80である。数平均分子量が2000より小さいと耐熱性が低下したりオフセットし易くなり、10000以上の時は定着強度が低下する。また重量平均分子量/数平均分子量の比が20より小さいとオフセット性が低下し、90より大きいときは定着強度が悪くなり易い。

【0026】本発明に使用される着色剤としてはカーボンブラックなど従来電子写真用トナーに一般に使用されている物でよい。その配合量も特に限定的ではない。

【0027】本発明トナーに使用される他の添加剤としては、荷電制御剤、流動化剤、クリーニング助剤（例えば樹脂ビーズなど）を適宜配合してもよい。

【0028】本発明に使用する荷電制御剤としては正荷電制御剤、負荷電制御剤いずれでも良い。

【0029】本発明に使用可能な正帯電制御剤としては、例えばニグロシン染料、トリフェニルメタン系化合

5

物、4級アンモニウム塩系化合物等が挙げられる。トリフェニルメタン系化合物としては、例えば特開昭51-11455号公報、特開昭59-100457号公報、特開昭61-124955号公報等に記載された化合物が使用可能である。また、4級アンモニウム塩系化合物としては、例えば特開平4-70849号公報等に記載された化合物が使用可能である。

【0030】負荷電制御剤としてはサリチル酸金属錯体、含金アゾ染料、カリックスアレン化合物、含ホウ素化合物等が挙げられる。

【0031】流動化剤を用いる場合には、シリカ微粒子、二酸化チタン微粒子、アミルナ微粒子、フッ化マグネシウム微粒子、炭化ケイ素微粒子、炭化ホウ素微粒子、炭化チタン微粒子、炭化ジルコニウム微粒子、窒化ホウ素微粒子、窒化チタン微粒子、窒化ジルコニウム微粒子、マグネタイト微粒子、二硫化モリブデン微粒子、ステアリン酸アルミニウム微粒子、ステアリン酸マグネシウム微粒子、ステアリン酸亜鉛微粒子等を使用することができる。

【0032】なお、これらの微粒子は、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、高級脂肪酸、シリコンオイル等で疎水化処理して用いることが望ましい。

【0033】流動化剤の量は、トナー100重量部に対して0.05～5重量部、好ましくは0.1～3重量部用いることが望ましい。

【0034】また、乳化重合、ソープフリー乳化重合、非水分散重合等の湿式重合法または気相法等により造粒したスチレン系、アクリル系、メタクリル系、ベンゾグアナミン、シリコーン、テフロン、ポリエチレン、ポリプロピレン等の各種の有機微粒子を単独あるいは組み合わせて用いることができる。

【0035】本発明のトナーは、キャリアとともに使用する2成分現像剤として使用する。本発明のトナーとともに使用するキャリアとしては、公知のキャリアを使用することができ、例えば、鉄粉、フェライト等の磁性粒子よりなるキャリア、磁性粒子表面を樹脂等の被覆剤で被覆したコートキャリア、あるいはバインダー樹脂中に磁性体微粉末を分散してなる分散型キャリア等いずれも使用可能である。このようなキャリアとしては体積平均粒径が15～100 μm 、好ましくは20～80 μm のものが好適である。

【0036】特に好適なキャリアは飽和磁化35～90 emu/g 、より好ましくは40～70 emu/g である。飽和磁化が35 emu/g より小さいときはキャリアカブリを発生し易く、90 emu/g より大きいときはトナーの帯電性が低下する他、現像部での穂の形成状態が悪化して画像の荒れを生じる。

【0037】本発明トナーを正帯電性トナーとして用いるときに好ましいキャリアは、トナーに対する荷電点、即ち表面に負帯電性の樹脂が存在するキャリアである。

(4)

6

このような樹脂としてはポリエステル系樹脂、ポリエチレン等のポリオレフィン系樹脂、テトラフルロエチレン、フッ化ビニリデン、含フッ素ビニル系単量体の単独重合体あるいは他のビニル系単量体との共重合体等の含フッ素系樹脂等が挙げられる。特に好ましいのは上記負帯電性樹脂被覆層を形成したキャリア、あるいは上記負帯電性樹脂中に磁性体微粉末を分散してなるキャリアが、本発明のトナーとの組み合わせにおいて帯電性の観点から好ましい。

10 【0038】本発明トナーを負帯電性トナーとして用いるときは表面に正帯電性の樹脂が存在するキャリアが好ましい。このような樹脂としてはアクリル系樹脂、スチレン-アクリル系樹脂、シリコーン系樹脂等が挙げられる。

【0039】本発明トナーは着色剤、結着樹脂、磁性粉、ポリエチレンおよびポリプロピレンなど所定の成分をヘンシェルミキサーなどの混合機で混合し、図1に示すごとく混合物(1)を加熱ジャケット(2)を備えた押出機(3)、例えばスクリー押出機を用い高剪断条件で連続押出しながら混練し、この混練物を適当なニップ幅を有するプレスローラー(4)で帯状に加圧成型し、帯状成型物(5)を冷却コンベアー(6)に載せ、粗粉碎工程に導く。上記の混練工程でポリエチレンとポリプロピレンはトナー成分中で均一に分散するが、ポリエチレンとポリプロピレンは溶け合わず、多くは独立した微粒子で存在する。得られた混練物を粉碎、分級することによりトナーを得る。

20 【0040】粉碎、分級工程は被処理粒子に対して機械的衝撃力を付与する粉碎機あるいは機械的衝撃力を付与する分級機で分級することが好ましい。ここで機械的衝撃力とは粉碎機および分級機が高速回転するローターを備えており、粒子がこのローターに接触する際に生じる物理的衝撃力をいう。この種の粉碎機および分級機を使用することにより遊離ワックス等の超微粉の発生が防止され、トナーの帯電性が安定し、かつフィルミング性および流動性が向上する。

【0041】具体的にはトナー混練物を乾燥状態で機械式粉碎機による解砕処理することにより行う。

【0042】機械的衝撃力を被処理粒子に付与できる機械式粉碎機は、内周面に溝を有する円筒容器(外筒体)の内側に、前記内周面から所定の間隙を介して、外周面に溝を有する回転自由な円筒(内円筒体)が配置されている。この種の粉碎機の概略構成図を図2に示す。

30 【0043】回転自由な内円筒体(ローター)(11)は回転軸方向に多数の溝を外周面に有している。円筒容器(外筒体)(12)は回転軸方向に切り込み状に多数の溝を内面に有するライナーが取り付けられている。そしてローター(11)が高速回転することにより、機内に激しい渦流と圧力振動を発生させると、原料は空気とともに吸気口(13)より吸い込まれ空気流で粉碎室へ供給される。続いてローター(11)とライナーによる衝撃力およ

(5)

7

びこれらの隙間に生じる激しい空気の渦流により大粒径の粒子が体積粉碎され、小粒化された粒子は表面粉碎されるとともに、その表面に遊離ワックス等の超微粉が固着されて、排気口(14)より空気とともに排出される。表面粉碎は、ピール作用により粒子表面が削られると同時に超微粉を粒子表面に固着させること、即ち粒子表面での再配列を意味する。この装置を用いると微粉化したポリエチレンなどが再度トナー中に取り込まれるためフィブリル化が防止できるので好ましい。

【0044】図3にローター(21)とライナー(22)について、溝の延設方向に対して垂直方向に切断した時の断面図を示す。図3において、ライナーの溝は、その断面形状が二等辺三角形(図2(a))であり、ローターの溝に対して隙間H(最小間隙)が0.2~1.0mm、好ましくは0.3~5mmになるように対向している。なお、ライナーの溝の断面形状は上記に限らず、図3(b)に示したように例えば直角三角形でもよく、またローターとしても溝の代わりにブレードを配置した構成のもの(図3(c))でも使用可能である。上述した機械式粉碎機としては、クリプトロン(川崎重工業社製)、ターボミル(ターボミル工業社製)、ファインミル(日本ニューマチック工業社製)等が使用可能である。

【0045】また、上述した粉碎は、閉回路により複数パス処理で行っても良い。上記機械式粉碎機により粉碎されたトナー粒子から粗大粒子を分級し、分級された粗大粒子を前記機械式粉碎機に戻すことにより循環させる。

【0046】得られた解砕粒子中の粗大粒子を分級する分級機としては、粗粉分級機(MS-O:ホソカワミクロン社製、DS-X分級機:日本ニューマチック社製、エルボージェット:日鉄鉱業社製)等が使用可能である。

【0047】最後に、上記で得られた粉碎粒子に対して微粉を分級する。分級も機械的衝撃力を付与できる分級機を使用することが好ましく、分級機としては分級ロータを有する回転ロータ式分級機を使用してもよい。分級により粒子表面が分級ローターによる衝撃力の作用により平滑化あるいは球形化されること、分級ローターによる衝撃力の作用により、遊離ポリエチレン等の超微粉がトナー表面に強く付着し埋め込まれて遊離超微粉を減少させるとともに、分級ローターの衝撃力による分級効果により分散効率が向上し、トナー製品側への超微粉の混入を防止できる。従来の粒子の軽重で篩分ける風力分級器によってはこのような効果は得られない。

【0048】上記のような分級ローター式分級器としてはターボクラシファイアー(日清エンジニアリング社製)、アキュカット、例えばドナセック分級機(日本ドナルドソン社製)等種々知られている。これらの中でも、ティープレックス超微粉分級機ATPシリーズ(ホソカワミクロン社製)が好ましい。このシリーズの中で

8

ティープレックスマルチホイール型分級機の概略構成図を図4に記載する。図4は中央垂直断面図である。

【0049】図4に示すごとく原料(粉碎粒子)は、原料投入口(32)から装入され、ロータリバルブを介してか、あるいは流入空気と一緒に分級室内に運ばれる。流入空気は分級機内で例えば矢印のごとく下から上に流れる。その流れに従って、原料は上昇し、分級部(31)に入り分級され、微粉が共通微粉排出口(33)より取り出され、トナー粒子が排出口(34)より取り出される。分級部(31)は個別駆動方式による分級ローター(35)が水平に複数個取り付けられている。分級ロータ(35)は図5に示されるように、多数のブレードを有する円筒状の回転体である。共通のスピードコントロールは、1台の周波数変換機を通して行われる。

【0050】このようにして得られたトナーは、上述した粒径分布でワックスが分散されているとともに、下記式で示される形状係数SFが130~160、好ましくは130~150になっている。このような形状を有することによって流動性および帯電安定性が向上し、さらに遊離ワックスの現象によりフィルミング性が向上している。形状係数が130より小さいとブレードクリーニング性が低下し、160より大きいと流動性や帯電安定性が低下したり、フィルミングが発生し易くなる。

【0051】

【数1】

$$SF = \frac{(\text{最大長})^2}{\text{面積}} \times \frac{\pi}{4} \times 100$$

【0052】式中、面積とはトナーの投影面積を、最大長とはトナーの投影像における最大長を意味する。

【0053】また、上記トナーは、その体積平均粒径 D_v と個数平均粒径 D_p の比 D_v/D_p が1.0~1.4、好ましくは1.0~1.35であることが望ましい。 D_v/D_p が1.4より大きくなるとトナー中に含まれる遊離ワックス等の微粉が増えるためフィルミングやカブリが発生し易くなる。

【0054】実施例

バインダー型キャリアの製造例

トナーを後述する評価に供するため、以下のごとくバインダー型キャリアを製造した。

成分	重量部
・ポリエステル樹脂 (花王社製:NE-1110)	100
・無機磁性粉 (TDK社製:MFP-2)	500
・カーボンブラック (三菱化成社製:MA#8)	2

【0055】上記材料をヘンシェルミキサーにより充分混合、粉碎し、次いでシリンダ部180℃、シリンダヘッド部170℃に設定した押し出し混練機を用いて、溶

(6)

9

融混練した。混練物を冷却、粗粉碎後、ジェットミルで微粉碎し、さらに風力分級機を用いて分級し、体積平均*

コート樹脂の製造

ポリオキシプロピレン (2, 2) - 2, 2 -	
ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン	350g
ポリオキシエチレン (2, 2) - 2, 2 -	
ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン	330g
イソフタル酸	400g
ジブチル錫オキシド	2g

【0057】上記組成をガラス製3リットルの4つ口フラスコに入れ、温度計、ステンレス製攪拌棒、流下式コンデンサー、及び窒素導入管を取り付け、マントルヒーターの中で窒素気流下、200℃にて攪拌しつつ、反応させ、15KOHmg/gのポリエステル樹脂を得た。

【0058】キャリアの製造

上記樹脂をトルエンで希釈し、固形比2重量%のポリエステル樹脂溶液を調合した。芯材として焼成フェライト粉 (F-300; 平均粒径: 50 μ m、嵩密度: 2.53g/cm³; パウダーテック社製) を用い、上記ポリエステル

- ・熱可塑性スチレン・アクリル樹脂 100重量部
- スチレン-アクリル酸ブチル-メタクリル酸ブチル-メタクリル酸共重合体 (モノマー重量比=7:1.4:1.4:0.2:酸価6.5KOHmg/g)
- ・オフセット防止用添加剤
- ポリプロピレンワックス (軟化点約145℃) 4重量部
(ビスコール660P、三洋化成社製)
- ポリエチレンワックス (軟化点約140℃) 0.5重量部
(ハイワックス800P、三井石油化学社製)
- ・カーボンブラック (モーガルL、キャボット社製) 10重量部
- ・ニグロシン染料 5.0重量部
(ニグロシンベースEX、オリエント化学社製)
- ・4級アンモニウム塩 0.5重量部
(P-53、オリエント化学社製)
- ・磁性粉 (MFP-2、TDK社製) 7重量部

【0060】以上の材料をヘンシェルミキサー (容量75l) を用いて、3000rpmで3分間混合した。混合物を図1に示すときスクリュウ押出混練機 (TEM50: 東芝機械社製) により、温度120℃、供給量30kg/hr、スクリュウ回転数150rpmの条件で連続押出混練した後、ニップ幅1mmのプレスローラ (4) で圧延し、更にベルトクーラー (6) 上で強制水冷した。

【0061】この混練物をフェザーミル (2mmメッシュ) で粗粉碎した。粗粉碎物を機械式粉碎機 (クリプトンKTM-O型、川崎重工業社製) で11 μ mまで微粉碎し、自然気流式分級機を備えたジェットミル (IDS-2型、日本ニューマチック社製) で粗粉のカットをおこない、さらに回転ロータ式分級機 (50ATP分級機、ホソカワミクロン社製) で微粉のカットを行い、体積平均粒径11 μ mのトナーを得た。

【0062】得られたトナーに疎水性シリカ (R-974、日本アエロジル社製) 0.15重量%を添加処理し

10

* 粒径55 μ mの磁性キャリアを得た。

【0056】コート型キャリアの製造例

※ル樹脂溶液を芯材に対する被覆樹脂量が約1重量%になるようにスピラーコーター (岡田精工社製) により塗布し、乾燥した。得られたキャリアを熱風循環式オープン中にて170℃で2時間放置して焼成した。冷却後フェライト粉バルクを見開き210 μ mと90 μ mのスクリーンメッシュを取り付けたフルイ振盪器を用いて解砕し、樹脂コートされたフェライト粉とした。このフェライト粉に対し、上記塗布焼成、解砕をさらに3回繰り返し、体積平均粒径53 μ mの樹脂被覆キャリアを得た。

【0059】実施例1

た。

【0063】実施例2~6

比較例1および2

実施例1に準じてトナーを調製した。但し、バインダー樹脂、ポリプロピレンの種類および量、ポリエチレンの種類および量、磁性粉の種類および量、生成トナーおよびキャリアの物性は表1および表2に示す通りである。

【0064】比較例3

バインダー樹脂、ポリプロピレンワックスの種類および量、ポリエチレンワックスの種類および量、磁性粉の種類および量は表1に示す通りで実施例1と同様にして混練物を得た。この混練物をフェザーミルで粗粉碎した。粗粉碎物を自然気流式分級機を備えたジェットミル (IDS-2型、日本ニューマチック社製) を用いて微粉碎し、得られた微粉碎物を自然気流式分級機 (DS分級機、日本ニューマチック社製) で微粉分級を行いトナーを得た。得られたトナーに実施例1と同様にして疎水性

(7)

11

シリカを外添処理した。得られたトナーおよび使用キャリアの物性は表2に示す通りである。

【0065】

【表1】

表1

	バインダー樹脂			PP(ポリプロピレン)ワックス		
	Mn	Mw/Mn	軟化点・T _m	種	軟化点	添加量
実施例1	4000	68.8	121.8	ビスコース660P	145℃	4重量部
実施例2	4000	68.8	121.8	ビスコース660P	145℃	4重量部
実施例3	4000	68.8	121.8	ビスコース660P	145℃	3重量部
実施例4	4500	83.4	127.5	ビスコース660P	145℃	6重量部
実施例5	2800	37.0	117.3	ビスコース330P	152℃	3重量部
実施例6	4000	68.8	121.8	ビスコース550P	150℃	4重量部
比較例1	2800	37.0	117.3	ビスコース330P	152℃	3重量部
比較例2	4500	83.4	127.5	ビスコース330P	152℃	3重量部
比較例3	4000	68.8	121.8	ビスコース660P	145℃	6重量部

表2

	トナー				キャリア	
	飽和磁化	形状係数	体積平均粒径	Dv/Dp	種	飽和磁化
実施例1	0.93 emu/g	137	11.0μm	1.29	バインダー型	55emu/g
実施例2	0.19 emu/g	139	11.0μm	1.28	バインダー型	55emu/g
実施例3	1.65 emu/g	141	10.9μm	1.28	バインダー型	55emu/g
実施例4	8.80 emu/g	138	11.1μm	1.28	コート型	63emu/g
実施例5	8.41 emu/g	144	10.8μm	1.30	コート型	63emu/g
実施例6	0.24 emu/g	142	11.0μm	1.31	コート型	63emu/g
比較例1	36.2 emu/g	148	10.8μm	1.32	バインダー型	55emu/g
比較例2	0 emu/g	132	11.2μm	1.27	バインダー型	55emu/g
比較例3	0.19 emu/g	162	11.5μm	1.44	バインダー型	55emu/g

12

【0066】

【表2】

表1(続き)

	PE(ポリエチレン)ワックス			磁性粉		
	種	軟化点	添加量	種	添加量	BET
実施例1	ハイワックス800P	140℃	2.0重量部	フェライトMFP-2	7重量部	6.9m ² /g
実施例2	ハイワックス800P	140℃	0.5重量部	フェライトMFP-2	2重量部	6.9m ² /g
実施例3	ハイワックス800P	140℃	3.0重量部	フェライトMFP-2	12重量部	6.9m ² /g
実施例4	ハイワックス100P	121℃	2.0重量部	マグネタイトEPT-1000	50重量部	5.0m ² /g
実施例5	ハイワックス800P	140℃	4.0重量部	マグネタイトEPT-1000	130重量部	5.0m ² /g
実施例6	ハイワックス400P	136℃	0.5重量部	マグネタイトEPT-1000	2重量部	5.0m ² /g
比較例1	ハイワックス400P	136℃	4.0重量部	マグネタイトEPT-1000	200重量部	5.0m ² /g
比較例2	ハイワックス400P	136℃	4.0重量部	—	—	—
比較例3	—	—	—	フェライトMFP-2	2重量部	6.9m ² /g

【0067】

【表3】

【0068】

＊ ＊ 【表4】

表2(つづき)

	評 価						
	スミア性	フィルミング性	帯電量	飛散	コボレ	融着(10)	耐オフセット性
実施例1	○	○	19.1μC/g	○	○	◎	○
実施例2	○	○	22.7μC/g	○	○	◎	○
実施例3	○	○	16.9μC/g	○	○	◎	△
実施例4	○	○	14.3μC/g	○	○	○	○
実施例5	○	○	10.4μC/g	○	○	△	○
実施例6	○	△	24.8μC/g	○	○	◎	○
比較例1	○	○	7.2μC/g	○	○	×	△
比較例2	○	×	24.6μC/g	×	×	◎	○
比較例3	×	×	17.7μC/g	△	△	◎	○

【0069】分析および評価方法

(1) 平均粒径

キャリアの体積平均粒径の測定は、コールターマルチサイザー(コールター社製)を用い、280μmのアパチャーチューブで測定した。トナーの体積平均粒径および個数平均粒径の測定は同装置を用い100μmのアパチャーチューブで測定した。

【0070】(2) 飽和磁化

直流磁化特性自動記録装置(TYPE-3257:横河北辰電機社製)を用いて、磁界1KOeの条件で測定

【0071】(3) トナー形状係数

平均形状係数(SF)とは、下記(数2)：

【数2】

$$SF = \frac{(\text{最大長})^2}{\text{面積}} \times \frac{\pi}{4} \times 100$$

(式中、面積とは粉体の投影面積を、最大長とは粉体の投影像における最大長を意味する)で定義され、トナーの長径/短径の差(歪み性)を表現するものであり、完全球形であればSF=100である。形状係数はイメージアナライザー(ルーゼックス5000:日本レギュレータ社製)により測定した平均値である。

【0072】(4) スミア性

トナーを複写機(EP4050:ミノルタ社製)改造機を使用して複写紙上に定着させた後、別の未使用の複写紙を先に得られた複写画像が形成された用紙とこすり併せて、その未使用複写紙の汚れ具合を観察し、以下のよう

にランク付けを行った。

○：ほとんど汚れが目立たなかった。

△：若干汚れが観察されたが実用上問題がない。

×：全紙面に汚れがみられた。

【0073】(5) フィルミング性

複写機(EP4050:ミノルタ社製)改造機を使用して連続5万枚を複写した後、ハーフトーン画像を採取するとともに感光体を観察し、以下のようにランク付けを行った。

○：画像の汚れ、感光体へのトナー成分付着がともになし。

△：感光体表面の一部がうっすらとくもっているが、画像の乱れはない。

×：感光体全体がくもっており、更に画像が乱れている。

【0074】(6) 帯電量

帯電量[μC/g]を求めるにあたっては、トナーに対して、各キャリアをトナー/キャリア=5/95(Tc=5wt%)、の重量割合になるようにして加え、これらをそれぞれ50ccのポリ瓶に入れて回転架台により120rpmで10分間回転させて、各トナーを用いた現像剤を調製した。帯電量[μC/g]を測定するにあたっては、精密天秤で計量した現像剤1gを図6に示す帯電装置の導電性スリーブ(41)の表面全体に均一になるように載せると共に、この導電性スリーブ(41)内に設けられたマグネットロール(42)の回転数を100rpmにセットした。

(9)

15

【0075】そして、バイアス電源(43)よりバイアス電圧をトナーの帯電電位と逆に3KV印加し、30秒間上記導電性スリーブ(41)を回転させ、この導電性スリーブ(41)を停止させた時点での円筒電極(44)における電位 V_m を読み取ると共に、上記導電性スリーブ

(1)からこの円筒電極(4)に付着したトナーの重量を精密天秤で計量して、各トナーの平均帯電量 $[\mu C/g]$ を求めた。

【0076】(7)飛散、こぼれ

複写機(E P 4050:ミノルタ社製)改造機を使用して50K枚の複写を行った後、複写機内に飛散したトナーおよび現像器からこぼれ落ちたトナーを観察し、以下のようにランク付を行った。

○: 実用上ほとんど問題がなかった。

△: 10K枚までは問題なかったが、50K枚複写後はメンテナンスを必要とした。

×: 10K枚までに現像器回りにトナー飛散が生じていた。あるいは画像上にトナーのボタ落ちが発生した。

【0077】(8)画像濃度(ID)

複写機(E P 4050:ミノルタ社製)改造機を使用してトナーを複写紙上に定着させた後、ベタ部の画像濃度をマクベス反射濃度計(RD920:マクベス社製)により測定した。

◎: ID1.4以上

○: ID1.2以上1.4未満

△: ID1.0以上1.2未満

×: ID1.0未満

【0078】(9)耐オフセット性

定着ローラ温度を250℃近辺まで上昇させて行き、オフセットの発生する温度により以下の通りランク付けを行った。

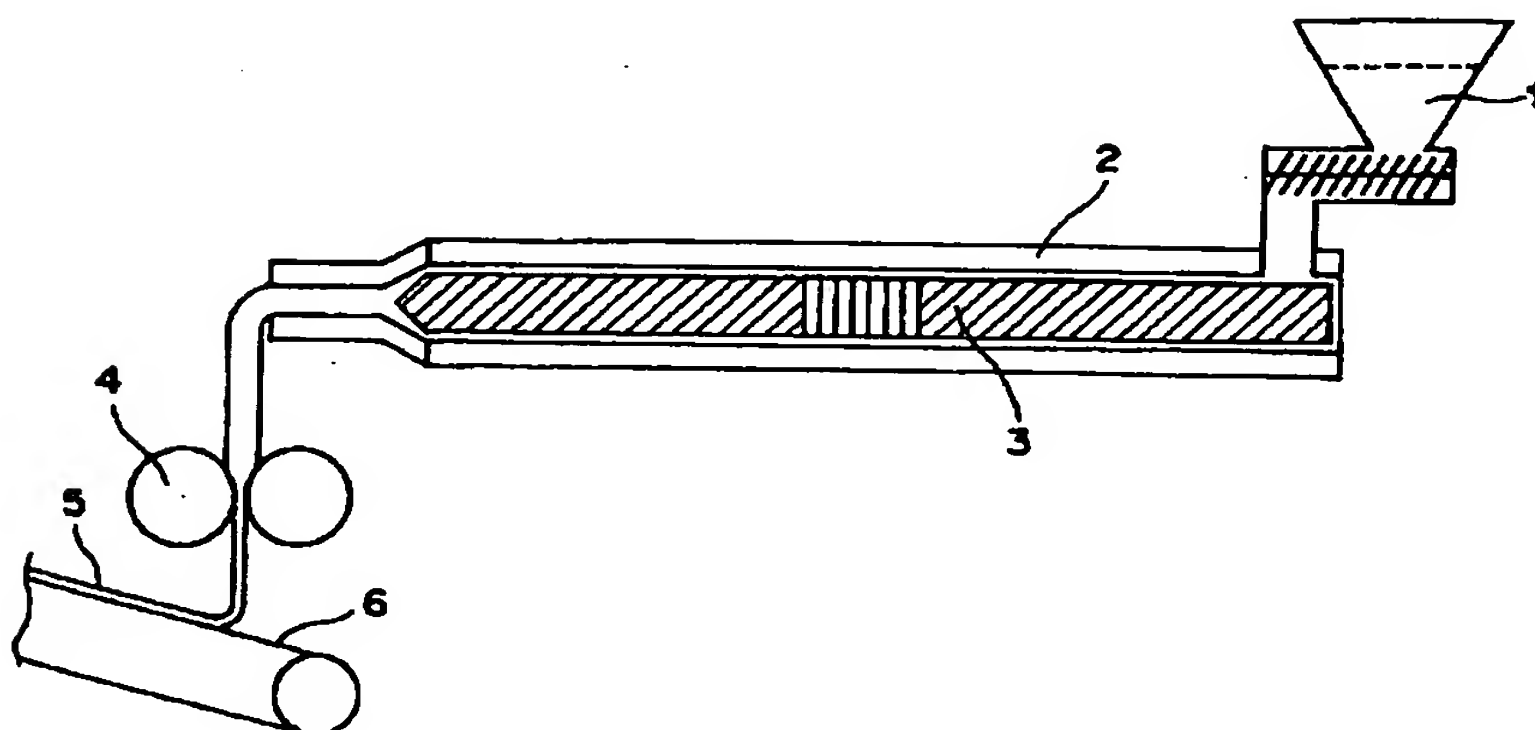
○: 250℃でオフセット発生しない

△: 250℃未満ではオフセット発生しない

×: 230℃未満でオフセット発生

【0079】

【図1】



16

【発明の効果】本発明によると複写時のスミアやオフセットが防止できると共に、フィルミングの発生、トナーの流動性や帯電性の低下などを発生せず、また感光体の研磨効果に優れトナーの飛散およびコボレの少ないトナーを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 プレスローラを備えた混練機。

【図2】 粉砕機。

【図3】 粉砕機のローターとライナー。

【図4】 ティープレックスマルチホイール型分級機。

【図5】 分級ローター。

【図6】 試験用帯電装置。

【符号の説明】

1 トナー混合物

2 加熱ジャケット

3 混練ゾーン

4 プレスローラ

5 帯状成型物

6 コンベア

11 内円筒体

12 外筒体(ローター)

13 吸気口

14 排気口

21 ローター

22 ライナー

31 分級部

32 原料投入口

33 共通微粉排出口

34 トナー粒子排出口

35 分級ローター

41 導電性スリーブ

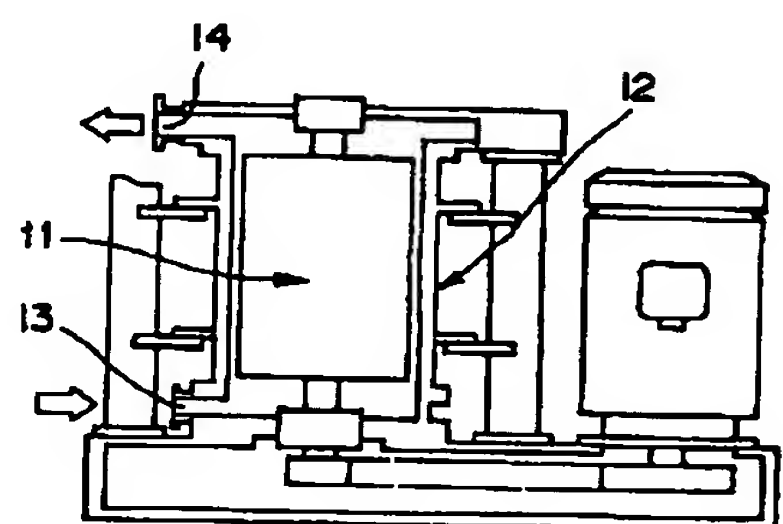
42 マグネットロール

43 バイアス電源

44 円筒電極

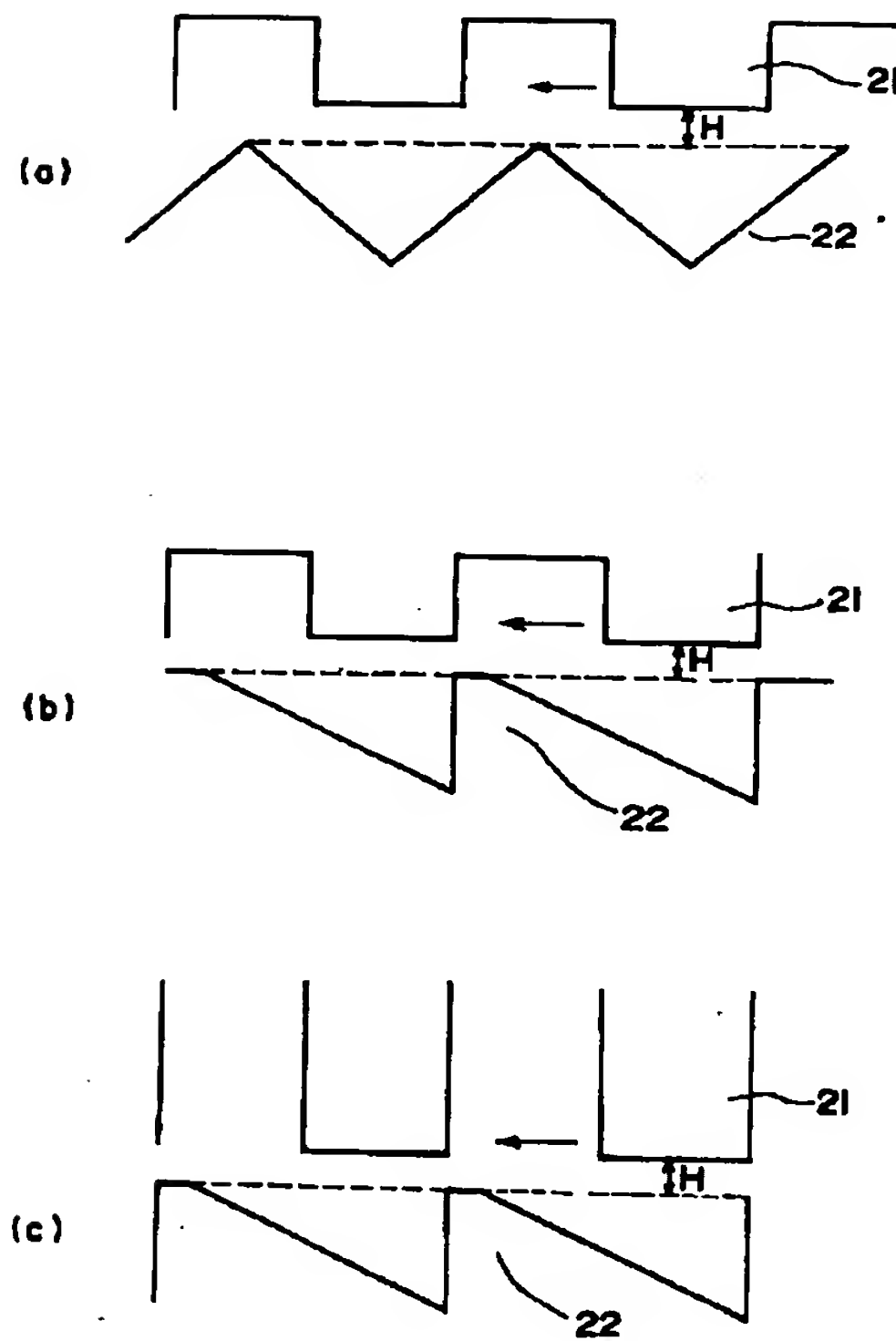
a, bおよびc ローターとライナーの態様

【図2】

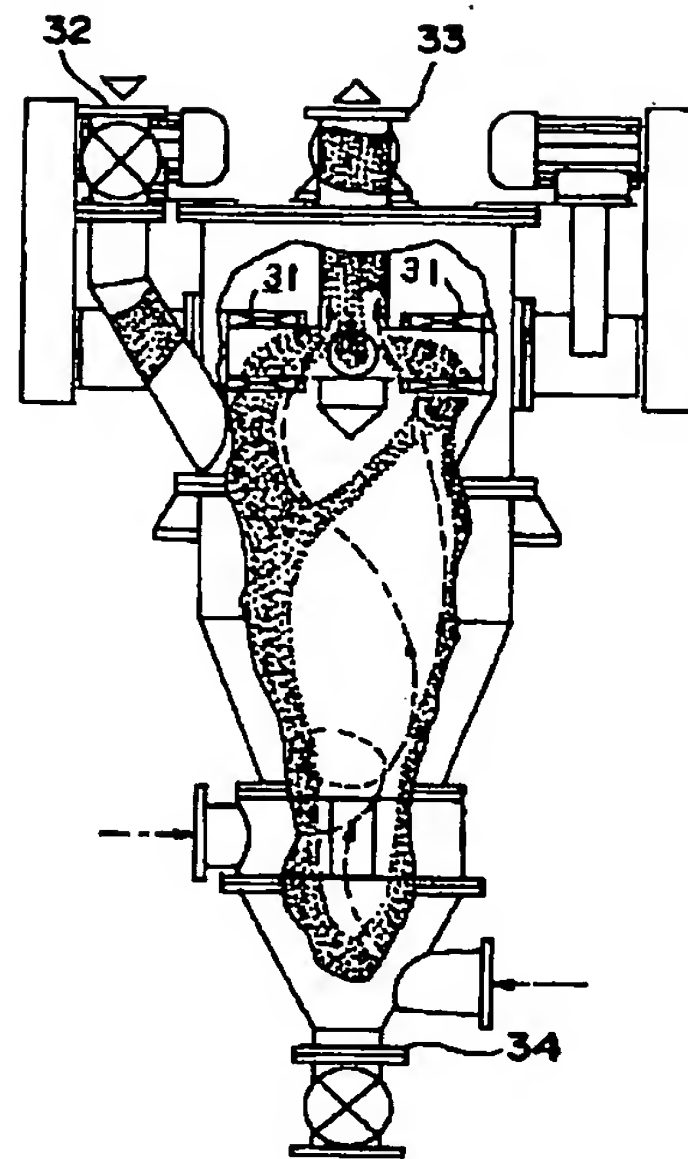


(10)

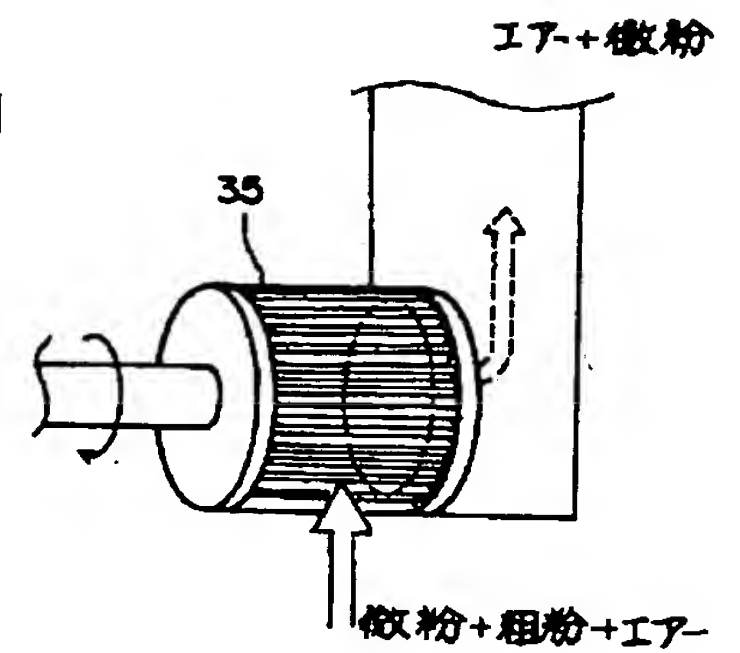
【図3】



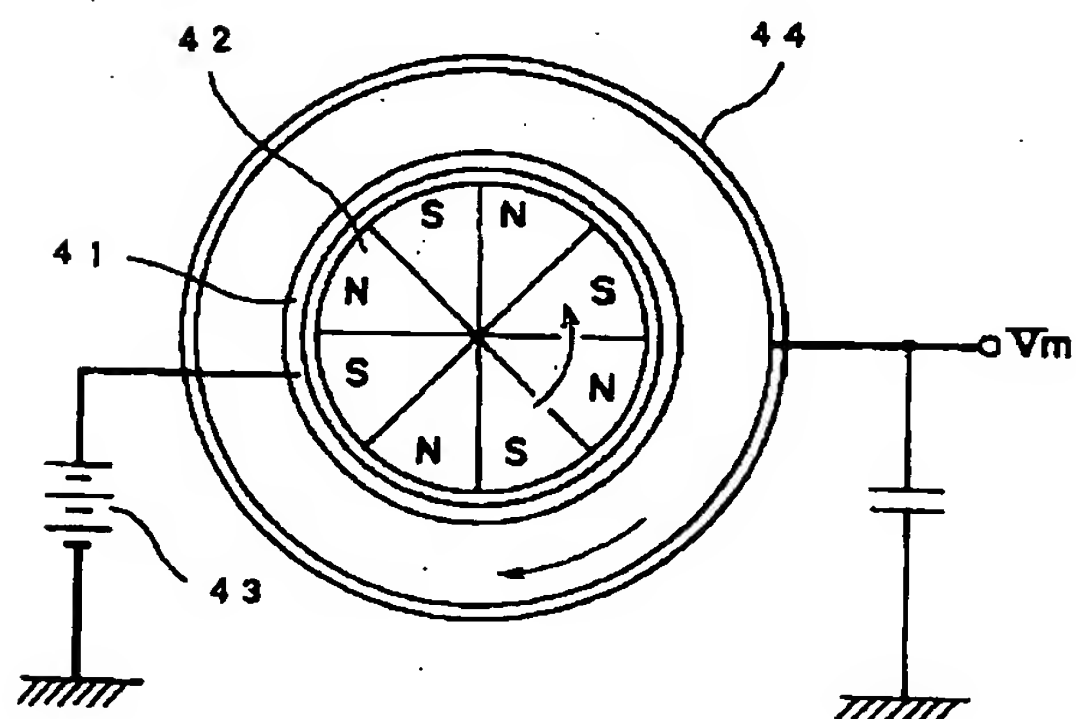
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72) 発明者 御厨 義博
大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号
大阪国際ビル ミノルタ株式会社内

(72) 発明者 中沢 二美子
大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号
大阪国際ビル ミノルタ株式会社内

(72) 発明者 深尾 博
大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号
大阪国際ビル ミノルタ株式会社内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第6部門第2区分

【発行日】平成13年8月3日(2001.8.3)

【公開番号】特開平9-288374

【公開日】平成9年11月4日(1997.11.4)

【年通号数】公開特許公報9-2884

【出願番号】特願平8-101286

【国際特許分類第7版】

G03G 9/083

9/08

9/10

【F I】

G03G 9/08 301

365

9/10

【手続補正書】

【提出日】平成12年9月6日(2000.9.6)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも磁性キャリアとトナーからなる二成分現像剤用トナーにおいて、このトナーが少なくとも結着樹脂、着色剤、ポリエチレンおよびポリプロピレンを含有してなり、ポリエチレンおよびポリプロピレンの合計添加量が結着樹脂100重量部に対して2~10重量部、ポリプロピレンとポリエチレンの含有比が重量比で10:1~1:10であり、かつBET比表面積が2~15m²/gの磁性粉を結着樹脂100重量部に対して1~150重量部含有することを特徴とする二成分現像剤用トナー。

【請求項2】 飽和磁化が0.05~30emu/gである請求項1記載の二成分現像剤用トナー。

【請求項3】 ポリプロピレンの軟化点が140~160℃、ポリエチレンの軟化点が100~150℃であり、ポリプロピレンの軟化点がポリエチレンの軟化点より高い請求項1記載の二成分現像剤用トナー。

【請求項4】 前記トナーの形状係数SFが130~160であり、体積平均粒径D_vと個数平均粒径D_pの比D_v/D_pが1.0~

1.4であることを特徴とする請求項1~3いずれかに記載の二成分現像剤用トナー。

【請求項5】 前記トナーが、結着樹脂、着色剤、ポリエチレンおよびポリプロピレンからなる混合物を押出混練機によって連続押出混練し、押出混練機から連続的に排出される混練物をプレスローラーで帯状に加圧成形し、この帯状成形物を冷却コンベヤーによって粗粉碎工程に導いて粗粉碎した後、粗粉碎物を微粉碎工程に導いて微粉碎し、微粉碎物を微粉分級して得られることを特徴とする請求項1~4いずれかに記載の二成分現像剤用トナー。

【請求項6】 前記微粉碎工程が、被処理粒子に対して機械的衝撃力を付与する粉碎機を用いて行われ、前記微粉分級工程が、被処理粒子に対して機械的衝撃力を付与する分級機を用いて行われることを特徴とする請求項5記載の二成分現像剤用トナー。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正内容】

【0041】具体的にはトナー混練物を機械式粉碎機による粉碎処理することにより行う。